

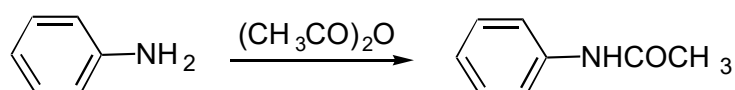
Naziv: Priprema 4-nitroacetanilida i 4-nitroanilina

Uputstva za rad

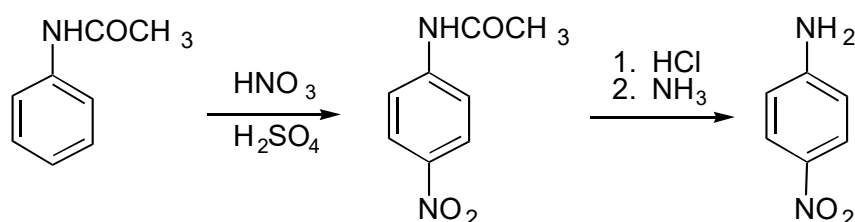
Zadatak: Nitracijom acetanilida pripremite 4-nitroacetanilid, koji će naknadnom kiselom hidrolizom dati 4-nitroanilin.

Teorija

Acetilacija anilina je adiciono-eliminaciona reakcija aromatičnog amina sa anhidridom sirćetne kiseline pri čemu se formira N-acetil-anilin (acetanilid) prema jednačini:



Nitracija acetanilida nitracionom smešom se vrši regioselektivno do para-položaja elektrofilnom aromatičnom supstitucijom da bi se formirao 4-nitroacetanilid, koji, dalje, adiciono-eliminacionim reakcijama sa vodom u kiseljoj sredini hidrolizuje i daje 4-nitroanilin prema jednačini:



Pribor: erlenmejerova tikvica sa čepom, menzura, čaša, Bihnerov lievak, usisna boca, vakuumska pumpa za vodu, gumena creva, filter papir, balon za zagrevanje, gnezdo za kuvanje, laboratorijski stalak,refluksni (uspravni) kondenzator, creva za dovod i odvod vode za hlađenje, stakleni štapić, pH papir, filter levak

Hemikalije: sumporna kiselina (98%), azotna kiselina (65%), hlorovodonična kiselina (35%), anhidrid sirćetne kiseline, anilin, amonijak, aktivni ugalj

Postupak

1. Ceo eksperiment izvodite sa zaštitnim naočarima!

Acetilovanje anilina

1. U erlenmajeru pomešajte 4,6 g anilina sa 40 ml vode i u suspenziju dodajte u porcijama 6,6 ml anhidrida sirćetne kiseline, snažno mešajući. Nakon dodatka celokupne količine acetanhidrida, reakciona smeša se meša još 10 minuta, tokom reakcije možete posmatrati spontano izdvajanje kristalnog proizvoda. Da bi se završila reakcija, ostavite reakcionu smešu da stoji 30 min.
2. Odvojite nastale kristale Bihnerovim levkom, iscedite matični lug iz filter kolača i operite ga malom količinom hladne vode. Za sledeću reakciju koristite 5 g dobro opranog sirovog acetanilida.

Nitrovanje acetanilida

1. U erlenmejerovoj boci pomešajte 5 g sirovog vlažnog acetanilida (ekvivalentno približno 4 g suvog acetanilida) sa kontrovanom H_2SO_4 (9 ml). Nakon rastvaranja celokupnog acetanilida, ohladite sadržaj boce i pažljivo dodajte smešu za nitrovanje, pripremljenu pažljivim mešanjem 2,2 ml 65% HNO_3 sa 2,2 ml koncentrovane H_2SO_4 . Intenzivno mešajte reakcionu smešu. Temperaturu nitrovanja održavajte ispod $35\text{ }^\circ\text{C}$.
2. Nakon dodavanja celokupne zapremine smeše za nitrovanje, izvadite bocu iz rashladnog kupatila i ostavite da stoji na laboratorijskoj temperaturi 10 minuta. Zatim sipajte reakcionu smešu u četiri puta veću zapreminu leda i vode. Nakon mešanja, filtrirajte pali 4-nitroacetanilid i isperite malom količinom vode.

Hidroliza 4-nitroacetanilida

1. Prebacite vlažni 4-nitroacetanilid u balon za zagrevanje, dodajte 30 ml vode i 20 ml konc. HCl, postavite uspravni (Libigov) hladnjak i zagrevajte reakcionu smešu na tački ključanja u vazдушnom kupatilu 30 minuta. Dobijeni rastvor sipajte u čašu sa 30 g leda. Izolujte 4-nitroanilin alkalizujući ovu smešu amonijačnom vodom. Odvojite nastali 4-nitroanilin na Bihnerovom levku i osušite.

Upravljanje hemijskim supstancama

Hemikalije	Oblik supstance	H-oznake	P-oznake
4-Nitroanilin	Čvrsta sirova (pripremljena od strane učenika)	H301, H301 + H311 + H331, H311, H331, H373	P261, P273, P280, P301 + P310, P311
H_2SO_4	Rastvor, 98%	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338

Naziv projekta: Digitalizacija hemijskih eksperimenata u cilju unapređenja kvaliteta i podrške nastavi hemije u srednjim školama

Akronim: ChemIQSoc

Broj projekta: 2021-1-SK01-KA220-WET-000027995



Hemikalije	Oblik supstance	H-oznake	P-oznake
HNO ₃	Rastvor, 65%	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
Hcl	Rastvor, 35%	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
Anhidrid sirćetne kiseline (acetanhidrid)	Rastvor, 99%	H226, H302, H314, H332	P280, P305 + P351 + P338, P310
Anilin	Rastvor, 97%	H301, H311, H317, H318, H331, H351, H372, H400	P261, P273, P290, P301 + P310, P305 + P351 + P338, P311
Amonijak	Rastvor, 30 %	H314, H335, H410	P261, P271, P273, P280, P303 + P361 + P353, P305 + P351 + P338

Izvori rizika i procene ozbiljnosti rizika

Nema rizika ako se pridržavate svih principa za rad sa hemikalijama i koristite ličnu zaštitnu opremu (rukavice, naočare, mantil).

Metoda upravljanja otpadom

Odložite otpadne proizvode u označenu posudu. Ne vraćajte neiskorišćene ostatke u posude za čuvanje. Odložite razbijeno staklo u označenu posudu.

Mere za ublažavanje rizika

Izbegavajte direktno izlaganje, koristite zaštitnu opremu. Ne izlažite se produženom ili ponovljenom izlaganju. U slučaju nesreće ili ako se ne osećate dobro, odmah obavestite nastavnika. Ove supstance ili njihova ambalaža moraju se odlagati kao opasan otpad. Nemojte jesti, piti, pušiti, perite ruke toplom vodom i sapunom nakon posla ili prilikom prekida rada, nakon završetka rada ruke tretirajte kremom za regeneraciju.

Naziv projekta: Digitalizacija hemijskih eksperimenata u cilju unapređenja kvaliteta i podrške nastavi hemije u srednjim školama
Akronim: ChemIQSoc
Broj projekta: 2021-1-SK01-KA220-WET-000027995



Radni list

Izračunavanja

- Izračunajte zapreminu anilina koja odgovara 4,6 g.
 $\rho(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}, 20^\circ\text{C}) = \dots\dots\dots \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
- Izračunajte teorijski prinos 4-nitroacetanilida i 4-nitroanilina.
- Izračunajte praktični prinos 4-nitroacetanilida i 4-nitroanilina u %.

Posmatranje

- Opišite izgled i miris proizvoda 4-nitroacetanilida i 4-nitroanilina.
- Potražite osnovne fizičko-hemijske osobine 4-nitroacetanilida i 4-nitroanilinskih proizvoda.

Osobina	4-nitroacetanilid	4-nitroanilin
Rastvorljivost u vodi		
Rastvorljivost u drugim rastvaračima		
Tačka topljenja		

Prinosi

- Zabeležite težinu pripremljenog 4-nitroacetanilida.
 $m(\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots \text{g}$
- Zabeležite težinu pripremljenog 4-nitroanilina.
 $m(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2) = \dots\dots\dots \text{g}$

Naziv projekta: Digitalizacija hemijskih eksperimenata u cilju unapređenja kvaliteta i podrške nastavi hemije u srednjim školama
Akronim: ChemIQSoc
Broj projekta: 2021-1-SK01-KA220-WET-000027995



Pitanja

1. Napišite reakcije pripreme 4-nitroacetanilida i 4-nitroanilina.
2. Objasnite značaj acetilacije anilina pre nitracije.
3. Objasnite zašto je nitracija acetanilida regioselektivna na para-poziciji.
4. Objasnite zašto je potrebno održavati temperaturu ispod 35 ° C tokom nitracije.
5. Objasnite zašto se 4-nitroacetanilid zagreva u kiseloj sredini tokom hidrolize.
6. Predložite načine za proveru čistoće finalnog proizvoda 4-nitroanilina.
7. Opišite upotrebu 4-nitroacetanilida i 4-nitroanilina.

Zaključak

Ukratko sumirajte cilj eksperimenta, glavne rezultate i uporedite ih sa očekivanim vrednostima.

Naziv projekta: Digitalizacija hemijskih eksperimenata u cilju unapređenja kvaliteta i podrške nastavi hemije u srednjim školama
Akronim: ChemIQSoc
Broj projekta: 2021-1-SK01-KA220-WET-000027995



Izjava o odricanju od odgovornosti

Finansira Evropska unija. Izraženi stavovi su stavovi autora i ne izražavaju nužno stavove i mišljenja Evropske unije ili Slovačke akademske asocijacije za međunarodnu saradnju, Nacionalne agencije za obrazovanje i obuku Erasmus+ programa. Ni Evropska unija ni organizacija koja dodeljuje grantove ne preuzimaju nikakvu odgovornost za njih.